

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 04237908
PUBLICATION DATE : 26-08-92

APPLICATION DATE : 18-01-91
APPLICATION NUMBER : 03018317

APPLICANT : TOHOKU KAKO KK;

INVENTOR : CHIKUI YASUO;

INT.CL. : H01B 13/00 H01B 1/22 H01B 5/14

TITLE : FILM FORMING METHOD FOR TRANSPARENT CONDUCTIVE FILM

ABSTRACT : PURPOSE: To provide a transparent conductive film forming method by which both electrical characteristics and optical characteristics especially of an ITO transparent conductive film can be improved.

CONSTITUTION: A paste made in such a way that super fine particle powder of indium-tin oxide particles is dispersed in a solvent together with a resin is applied or printed onto a resin film, and is subjected to a rolling process by a steel roller, after drying.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-237908

(43) 公開日 平成4年(1992) 8月26日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 B 13/00	5 0 3 B	7244-5G		
1/22	A	7244-5G		
5/14	A	7244-5G		

審査請求 未請求 請求項の数3 (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平3-18317	(71) 出願人	000183303 住友金属鉱山株式会社 東京都港区新橋5丁目11番3号
(22) 出願日	平成3年(1991) 1月18日	(71) 出願人	000221959 東北化工株式会社 宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号
		(72) 発明者	行延 雅也 愛媛県新居浜市王子町1-7
		(72) 発明者	筑井 泰夫 栃木県那須郡南那須町田野倉17
		(74) 代理人	弁理士 篠原 泰司 (外1名)

(54) 【発明の名称】 透明導電膜の成膜方法

(57) 【要約】

【目的】 本発明の目的は、特にITO透明導電膜の電気的特性及び光学特性の双方を改善し得る透明導電膜の成膜方法を提供することである。

【構成】 本発明による透明導電膜の成膜方法は、インジウム錫酸化物粒子の超微粒子粉を樹脂と共に溶剤中に分散せしめて成るペーストを樹脂フィルム上に塗布又は印刷し、更に乾燥した後、スチールロールによって圧延処理を施すことにより行われる。

【実施例】以下、本発明による透明導電膜の成膜方法の一実施例を詳細に説明する。まず、基板である樹脂フィルム上に塗布すべきペーストの構成成分であるITOの超微粒子粉は、錫含有量2.8wt%で比表面積 $23\text{m}^2/\text{g}$ 、平均粒径 $0.04\mu\text{m}$ のものをを用いる。そしてかかるITO超微粒子粉をアクリル樹脂を混入した溶剤中に分散せしめ、これによりアクリル樹脂系ペーストが形成される。この場合、ペーストの固形成分中のITO粒子の体積含有率としては、60~80%程度であることが好ましいが、ここでは55%、60%、70%及び75%の4種類のペーストを形成した。次に、各ペーストをスクリーン印刷法によりPETフィルム（厚さ $100\mu\text{m}$ ）上に印刷し、 70°C で30分間赤外線により加熱して乾燥せしめるが、いずれのペーストの場合も $12\text{cm}\times 15\text{cm}$ 程度の広さの印刷領域を形成して行った。尚、上記樹脂としては、熱可塑性のアクリル樹脂やポリエステル樹脂を用い得る。又、上記溶剤としては、ミネラルスピリッツ、n-ブチルアルコール、ミクロヘキシルアルコール、ブチルカルビニルアセテート、ブチルセロソルブ、酢酸エチル、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン又はシクロヘキサノン等を用い得る。

【0013】次に、樹脂フィルム上に上記スクリーン印刷法によって塗布されたペーストはスチールロールによって圧延処理されるが、このロール処理においてはその表面がハードクロムメッキされた直径 150mm の2本のスチールロールを使用し、その処理スピードが $10\text{cm}/\text{秒}$ となるようにかかるスチールロールの回転速度を設定した。このスチールロールによる圧延処理を行う場合、スチールロールの線圧力は $300\text{kgf}/\text{cm}$ 以上に設定して行われるが、特に $500\sim 800\text{kgf}/\text{cm}$ の範囲が好ましい。これは、かかる線圧力が低過ぎると所望の圧延効果を得ることができず、一方、線圧力が高過ぎる場合には十分な圧延効果が得られて導電膜の電気的特性及び光学特性を向上させることができるものの基板である樹脂フィルムがスチールロールの圧力によって機械的に歪められてしまうため実用上使用し得なくなる。従って実用性を確保し且つ電気的特性等が向上するようにするためには上記のようにスチールロールの線圧力を所定の大きさに設定して行う必要がある。

【0014】又、上記スチールロールの圧延処理に際して同時に加熱処理を行い、樹脂を硬化せしめるが、このための加熱処理温度は基板樹脂フィルムが加熱により歪みを生じない温度範囲（ 100°C 以下）に選定される。即ち導電膜の光学特性は加熱処理温度が高い程向上する傾向があり、一方、導電膜の表面抵抗は加熱処理温度が高過ぎると大きくなって電気的特性が低下する傾向があるため、光学特性及び電気的特性の双方を向上させるためには、加熱処理温度を適正に設定する必要がある。本発明によればそのような加熱処理を行うための温

度範囲は特に $40\sim 60^\circ\text{C}$ であることが好ましい。表面抵抗が上記のような傾向を示すのは、加熱処理温度が高くなると基板樹脂フィルムが加熱変形を来し、上記圧延処理により緻密化されるべきITO粒子同士の相互接近が阻害されるためである。

【0015】スチールロールによる圧延処理時の線圧力及び加熱処理温度は上記のように設定されるが、これらの条件を適宜選定して前記4種類のペーストを用いて種々の透明導電膜を形成した。そしてその膜厚は約 $3\mu\text{m}$ になった。

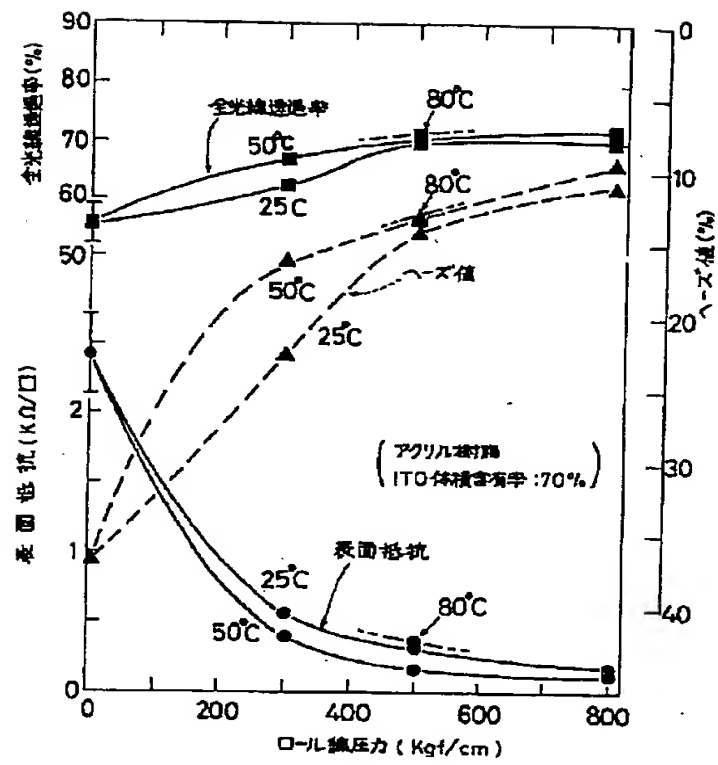
【0016】次に上述した方法により形成された透明導電膜の電気的特性及び光学特性等についての測定結果を図1乃至図4を参照して説明する。尚、これらの測定を行うに際してITO粒子の比表面積は米国カウンタクローム社製のQuantasorb QS-10により、又、塗膜の全光線透過率及びヘーズ値（曇価）はPETフィルムと一緒にスガ試験機株式会社製の直読ヘーズコンピュータHGM-ZDPにより、更に表面抵抗は透明導電膜が形成された上記PETフィルムを $50\text{mm}\times 50\text{mm}$ の寸法に切り出した後三菱油化製のローレスタMCP-T400によりそれぞれ測定した。

【0017】図1及び図2はそれぞれITO粒子の体積含有率が55%及び70%である2種類のペーストを用いて透明導電膜を形成した場合の測定結果を示している。これらの図に記載されたグラフはスチールロールによる圧延処理時の線圧力に対する電気的特性（表面抵抗）及び光学特性（全光線透過率及びヘーズ値）の関係を表している。又、図3は、図1及び図2により表された測定結果に基づいてスチールロールによる圧延処理時の加熱処理温度（ 25°C 、 50°C 及び 80°C ）に対する電気的特性及び光学特性の関係を表したグラフである。ここで、電気的特性としての表面抵抗の具体的数値は一応の目安として $500\Omega/\square$ 以下であることが好ましく、従って図1から明らかなようにITO粒子の体積含有率が55%の場合にはかかる表面抵抗値として良好な結果が得られない。一方、ITO粒子の体積含有率が70%の場合、図2から明らかなように線圧力が $300\text{kgf}/\text{cm}$ 以上であると表面抵抗が著しく減少すると共に全光線透過率及びヘーズ値等の光学特性も良好な数値を示している。以上の測定結果によれば、少なくともITO粒子の体積含有率が70%の場合であってスチールロールによる圧延処理時の線圧力を $300\text{kgf}/\text{cm}$ 以上に設定することにより透明導電膜の電気的特性及び光学特性の双方を向上させることができることが判明した。又、ITO粒子の体積含有率が60%であるペーストにより形成した透明導電膜の電気的特性及び光学特性は、上記55%及び70%の場合の測定結果の略中間値になり、又、ITO粒子の体積含有率が75%のペーストの場合は上記70%の場合と略同様な数値になった。従ってITO粒子の体積含有率は60~80%程度

(5)

特開平4-237908

【図2】



【図4】

